

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/AT04/000418

International filing date: 26 November 2004 (26.11.2004)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: AT
Number: A 1898/2003
Filing date: 26 November 2003 (26.11.2003)

Date of receipt at the International Bureau: 07 January 2005 (07.01.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse



PCT/AT 2004/000418

ÖSTERREICHISCHES PATENTAMT

A-1200 Wien, Dresdner Straße 87

Kanzleigebühr € 17,00
Schriftengebühr € 65,00

Aktenzeichen **A 1898/2003**

Das Österreichische Patentamt bestätigt, dass

**die Firma TIGERWERK Lack- und Farbenfabrik GmbH & Co. KG.
in A-4600 Wels, Negrellistraße 36
(Oberösterreich),**

am **26. November 2003** eine Patentanmeldung betreffend

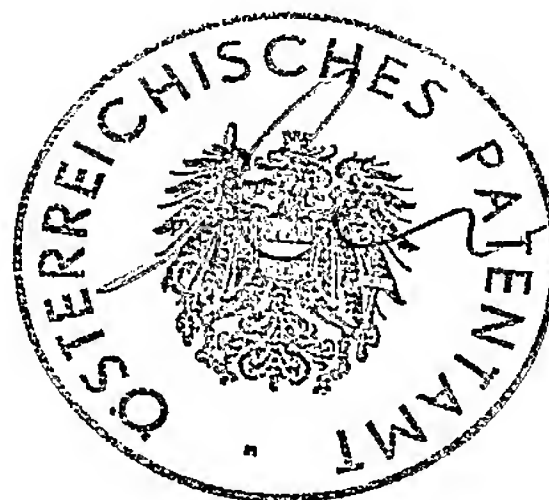
**"Verfahren zur Wärmebehandlung von Pulverlacken zur Herstellung
einer Beschichtung auf temperatursensiblen Substraten",**

überreicht hat und dass die beigeheftete Beschreibung mit der
ursprünglichen, zugleich mit dieser Patentanmeldung überreichten
Beschreibung übereinstimmt.

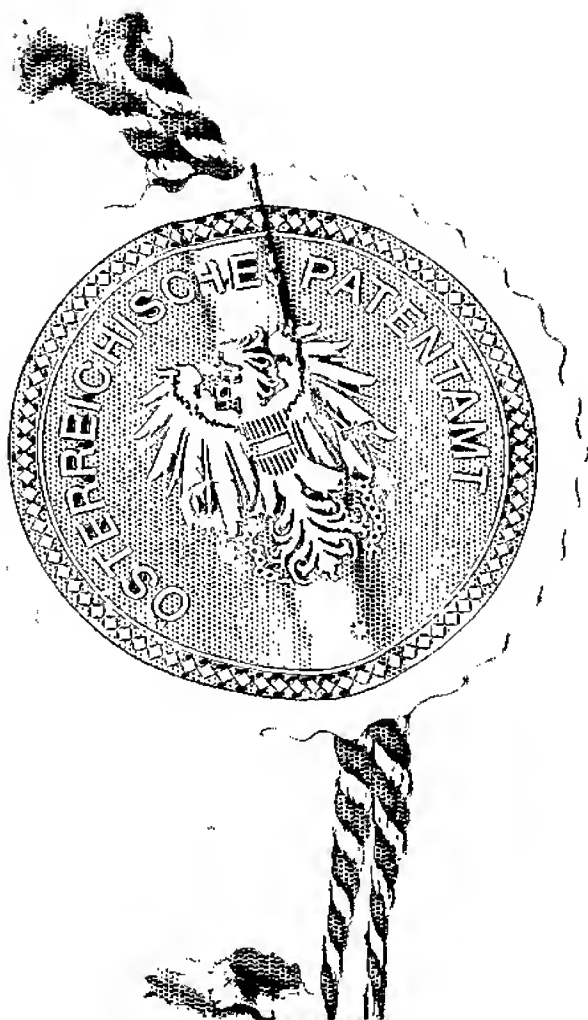
Österreichisches Patentamt
Wien, am 15. Dezember 2004

Der Präsident:

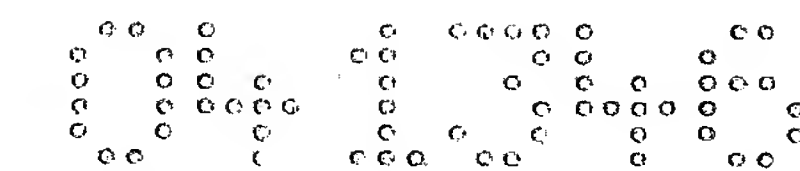
i. A.



HRNCIR
Fachoberinspektor



A 1 898 / 200 3



(51) Int. Cl. :

P42596

Urtext

AT PATENTSCHRIFT

(11) Nr.

(Bei der Anmeldung sind nur die eingerahmten Felder auszufüllen - bitte fett umrandete Felder unbedingt ausfüllen!)

(73)	Patentinhaber: <i>TIGERWERK Lack- und Farbenfabrik GmbH & Co. KG. Wels (AT)</i>
(54)	Titel: <i>Verfahren zur Wärmebehandlung von Pulverlacken zur Herstellung einer Beschichtung auf temperatursensiblen Substraten</i>
(61)	Zusatz zu Patent Nr.
(66)	Umwandlung von <i>GM</i> /
(62)	gesonderte Anmeldung aus (Teilung): <i>A</i>
(30)	Priorität(en):
(72)	Erfinder:

(22) (21) Anmeldetag, Aktenzeichen: , *A* /

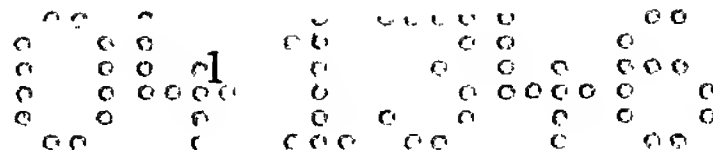
(60) Abhängigkeit:

(42) Beginn der Patentdauer:

Längste mögliche Dauer:

(45) Ausgabetag:

(56) Entgegenhaltungen, die für die Beurteilung der Patentierbarkeit in Betracht gezogen wurden:



P42596

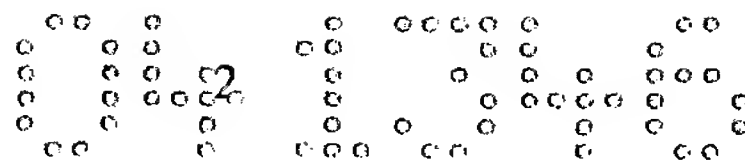
Verfahren zur Wärmebehandlung von Pulverlacken zur Herstellung einer Beschichtung auf temperatursensiblen Substraten

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Wärmebehandlung unter Verwendung von IR-Strahlung von auf temperatursensiblen Substraten applizierten Pulverlacken beliebigen Farbtons zur Herstellung einer Beschichtung auf den Substraten.

Pulverlacke haben aufgrund der hohen Wirtschaftlichkeit des Verfahrens sowie der günstigen Beurteilung aus Sicht des Umweltschutzes bei der Beschichtung von Materialien wie Metall, Glas, Keramik, etc., breite Anwendung gefunden. Nach den derzeit verfügbaren Verfahren wird jeglicher Pulverlack im Anschluss an seine Applikation durch Erwärmen auf eine Temperatur oberhalb seiner Glasübergangstemperatur zunächst aufgeschmolzen. Gängige Wärmequellen sind beispielsweise Konvektionsöfen oder Infrarotstrahler. Auch Kombinationen aus beiden sind in Verwendung.

Bei wärmehärtbaren Pulverbeschichtungen erfolgt die anschließende Vernetzung durch weitere Wärmezufuhr. Wird die Härtung in einem Konvektionsofen oder mittels mittel- bis langwelliger IR-Strahlung vorgenommen, geschieht das üblicherweise in einem Temperaturbereich von etwa 140-200°C in einem Zeitraum von rund 10 – 30 Minuten. Die aus den genannten Temperaturen und dazu korrespondierenden Einwirkzeiten resultierenden Energielasten machen diese Wärmequellen zur Pulverbeschichtung hitzeempfindlicher Untergründe wie Holz und holzähnliche Werkstoffe wie medium density fibreboard (MDF), Papier, Kunststoffe, etc., ungeeignet.

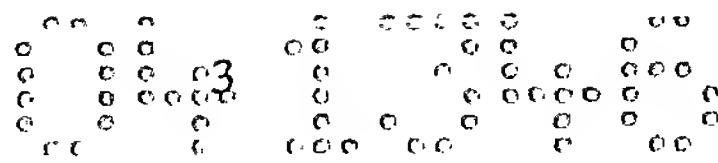
Das besonders kurzwellige IR (NIR = Near InfraRed) ist gemäß WO 99/41323 A1 in der Lage, die gängigsten wärmehärtbaren Bindmittelsysteme effizient zu härten; durch die hohe Energiedichte der verwendeten NIR-Strahlung und ein hinreichendes Absorptionsverhalten der Beschichtung und des Substrats ist es möglich, die Härtung in einem Zeitraum von



effizient und substratschonend härtbar sind. WO 99/47276 A1 beschreibt die Verwendung von IR-Strahlung, welche zumindest anteilig NIR- und/oder kurzwellige IR-Strahlung umfasst, zur Härtung von Pulverlacken auf hitzesensiblen Substraten wie Holz, Holzfaserverwerkstoffen, Kunststoff, Gummi, Stoff, Papier oder Karton, wobei Bestrahlungszeiten von 12, vorzugsweise 8 Sekunden nicht überschritten werden. Unter NIR-Strahlung wird in dieser Anmeldung der Wellenlängenbereich elektromagnetischer Strahlung zwischen dem sichtbaren Bereich und $1,2\ \mu\text{m}$, unter kurzwelligem IR der Wellenlängenbereich zwischen $1,2$ und $2,0\ \mu\text{m}$ verstanden. Die beigefügten Abbildungen stellen die Anwendung dieses Härtungsverfahrens auf eine Plattenoberfläche sowie auf den Mantel eines Zylinders dar. In beiden Fällen ist eine äquidistante Anordnung der Strahler zum zu beschichtenden Objekt möglich, im Falle des Rotationskörpers ist der Strahler achsparallel angeordnet. Die angedeutete Rotation des Zylinders ermöglicht eine gleichmäßige Erwärmung seiner Mantelfläche während des Härtungsprozesses. Verwendet wird im Fall der Platte ein Strahler mit einem Strahlungsflußdichte-Maximum von etwa $1\ \mu\text{m}$, im Fall des Rotationskörpers kommen Halogen-Röhrenstrahler zur Anwendung, was ebenso ein Strahlungsflußdichte-Maximum von etwa $1\ \mu\text{m}$ bedeutet. Wenngleich es bei Betrachtung der entsprechenden Spektren korrekt ist, auch in diesen Fällen von IR-Strahlung zu sprechen, welche „zumindest anteilig NIR- und/oder kurzwellige IR-Strahlung umfasst“, geben Bestrahlungszeiten von maximal 12, vorzugsweise maximal 8 Sekunden, Auskunft über die ausgesprochene NIR-Betonung des verwendeten Strahlungsspektrums.

Allen vorbeschriebenen, mit NIR-Strahlung und/oder kurzwelliger IR-Strahlung arbeitenden Verfahren liegt zugrunde, dass die Aushärtung thermoreaktiver Pulverbeschichtungen durch die hohe Energiedichte der verwendeten Strahlung so kurzzeitig erfolgt, dass sie abgeschlossen ist, ehe das Substrat von unzuträglicher Erhitzung erreicht wird. Die dazu benötigten Anlagen erfordern außerordentlich hohe Anschlussleistungen und verursachen sehr hohe Energiekosten.

Es stellte sich allerdings heraus, dass auf NIR-Strahlung sowie kurzwelliger IR-Strahlung basierende Härtungsverfahren zum Aushärten von Pulverlacken auf Gegenständen aus hitzeempfindlichen Werkstoffen impraktikabel sind, sobald anstelle planer Oberflächen profilierte beschichtet werden sollen. Liegen die Aushärtungszeiten im Sekundenbereich, setzt dies einen definierten Abstand zwischen Strahler und Objekt sowie eine äußerst genaue Dosierung der angewendeten Strahlung (Dauer und Intensität) voraus. Unterschiedliche



Entfernungen einzelner Objektteilen vom Strahler führen zu erheblich unterschiedlicher Wärmeeinwirkung an denselben. Entsprechendes gilt, wenn ein Teil des Objektes beispielsweise plan und senkrecht zur Einstrahlung der NIR-Strahlung orientiert ist, eingefräste Profilierungen – z. B. an Türen oder Möbelfronten – jedoch Bereiche mit einer von der Normalen abweichende Orientierung zur Strahlung aufweisen. Bei derartiger Objektgeometrie ist mittels NIR- sowie kurzwelliger IR-Strahlung an den ungünstig zur Strahlung orientierten Bereichen der Oberfläche keine ausreichende Härtung des Pulverlackes zu erzielen, ohne die klar exponierten Bereiche bereits thermisch zu schädigen bzw. am dort applizierten Pulverlack Störungen durch Ausgasen von Feuchtigkeit aus natürlichen Werkstoffen wie Holz und den daraus abgeleiteten Produkten wie MDF, Papier oder Karton hervorzurufen.

Es sind auch Verfahren bekannt, bei denen hitzeempfindliche Untergründe wie Holz oder Holzfaserwerkstoffe vor der Pulverbeschichtung mit einer flüssigen Grundierung, die eine Wärmebarriere zu ihrem Untergrund darstellt, versehen werden. Nachteilig ist hierbei in jedem Fall, dass dies einen weiteren Arbeitsschritt erfordert. Darüber hinaus sind Trocknungszeiten einzuhalten, was Lagerkapazität für zu trocknendes Gut erfordert. Kommen organische Lösungsmittel zum Einsatz, kommt noch die Umweltthematik hinzu, weiters die Kosten für diese Lösungsmittel. Zusammengefasst ist es als inkonsequent zu bezeichnen, dem vorteilhaften Einsatz von Pulverbeschichtungen eine Flüssigbeschichtung voranzustellen, deren Anwendung genau die Vorteile von Pulverlack vermissen lässt.

UV-härtbare Pulverbeschichtungen hingegen werden nach ihrem zuvor erfolgten Aufschmelzen unter Anwendung ultravioletter Strahlung vernetzt. Dieses Aufschmelzen nach erfolgter Applikation erzeugt aus dem puderigen Auftrag eine zusammenhängende Flüssigphase, in welcher dann, durch UV-Strahlung ausgelöst, die Vernetzung der Pulverlack-Bindemittel vorgenommen wird. Generell unterliegen Gegenstände, welche mit UV-härtbaren Pulverlacken beschichtet werden, im Vergleich zu wärmehärtbaren Pulverlacken einer geringeren Temperaturbelastung. Dennoch können auch diese geringeren Temperaturbelastungen bei manchen Materialien zu Schäden führen, wenn diese Materialien nicht für UV-Strahlung geeignet sind.

Daneben werden auch Pulverlackformulierungen beschrieben, welche nach dem so genannten ‚dual cure‘-Verfahren, einem Härtingsverfahren unter Anwendung von UV- und IR-Strahlung, härtbar sind. Auch hier begrenzt die unvermeidbare Erhitzung der Objekte nach dem derzeitigen Stand der Technik die Anwendbarkeit solcherart zu härtender Pulverlacke auf temperatursensiblen, profilierten Gegenständen.

Der Erfindung liegt somit die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Wärmebehandlung von Pulverlacken zur Herstellung einer Beschichtung auf temperatursensiblen Substraten wie Holz, Holzfaserverwerkstoff, Papier, Karton, Kunststoff, Gummi oder Stoff mit profilierter Oberfläche bereitzustellen, das eine Pulverlackierung des Substrats in beliebigem Farbton erlaubt, ohne dieses zu schädigen, sei es durch Zersetzung und/oder Deformation, und das zu einer gleichmäßigen, störungsfreien, gehärteten und gut haftenden Lackschicht führt.

Die Aufgabe zur Bereitstellung einer entsprechenden Methode wird durch ein Verfahren gelöst, das erfindungsgemäß dadurch gekennzeichnet ist, dass der auf dem Substrat applizierte Pulverlack mit mittel- und/oder langwelliger IR-Strahlung bestrahlt wird und dass der Pulverlack Additive mit der Eigenschaft, mittel- und/oder langwellige IR-Strahlung zu absorbieren, enthält und dass gegebenenfalls der mit mittel- und/oder langwelliger IR-Strahlung wärmebehandelte Pulverlack einer weiteren Behandlung mit Elektronen- oder UV-Strahlung unterworfen wird.

Weitere Ausführungsformen und Ausgestaltungen des erfindungsgemäßen Verfahrens sind der Beschreibung und den Unteransprüchen zu entnehmen.

Überraschend hat sich gezeigt, dass völlig oder teilweise hitzehärtbare Pulverlackierungen beliebiger Farbgebung auf den vorgenannten hitzeempfindlichen Objekten mit profilierter Oberfläche dann in allen Teilen vollständig und ohne jeden Schaden für das Substrat unter Verwendung mittel- bis langwelliger Infrarot-Strahlung, deren Strahlungsflussdichte-Maximum bei Wellenlängen oberhalb 2,0 μm als Energiequelle ausgehärtet werden können, wenn die Pulverlacke Stoffe mit der Eigenschaft, mittel- und/oder langwellige IR-Strahlung zu absorbieren, enthalten. Die so erzielten Lackoberflächen sind fehlerfrei und weisen auch keine Anzeichen von Ausgasungen aufgrund von Feuchteabgabe oder thermischer Zersetzung des Untergrundes auf, welche sich als Oberflächenstörungen der Pulverbeschichtung – so genannte ‚Nadelstiche‘ – darstellen, auf. Daneben konnte beobachtet werden, dass UV- sowie

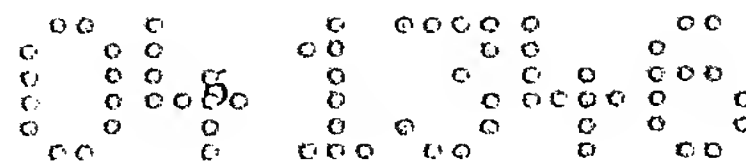
elektronenstrahlhärzbare Pulverlacke mit entsprechenden, im mittel- bis langwelligen IR-Bereich absorbierenden Additiven versehen, unter Verwendung der genannten Strahlungsart bei einer Strahlungsintensität, welche bei Pulverlacken ohne entsprechenden Additiv-Zusatz bloß ein Zusammensintern der Pulverpartikel bewirken, zuverlässig aufschmelzen und verfilmen. Dieser so aufgeschmolzene, in Flüssigphase befindliche Pulverlack wird dann zu seiner Aushärtung einer UV- oder Elektronen-Strahlung unterworfen.

Als sehr erfolgreich für eine effiziente, den profilierten MDF-Untergrund schonende Aushärtung mit Hilfe mittel- und langweiliger IR-Strahlung erwies sich beispielsweise die Mitverwendung von Antimon-Zinn-Oxid (Minattec® 230 A-IR der Fa. Merck) in den betreffenden Pulverlackformulierungen. Weiters zeigten Indium-Zinn-Oxid (Nano® ITO der Fa. Nanogate Technologies GmbH, Saarbrücken, D) und C-Nanotubes (Fa. Nanoledge, Montpellier, F) sowie C-Nanofibres (Fa. Electrovac GesmbH, Klosterneuburg, A) hervorragende Effizienz.

Als weitere Stoffklasse mit im Sinne der vorliegenden Erfindung hoher Wirksamkeit sind die Oxide der Seltenerdmetalle zu nennen. Sowohl in jeweils reiner Form, in Form von Mischungen der einzelner Reinstoffe wie auch als Oxide der entsprechenden Seltenerdmetall-Mischungen zeigen sie deutlich ausgeprägte Wirkung.

Die erforderliche Zusatzmenge, bezogen auf den Pulverlack, hängt sowohl vom im mittel- bis langwelligen IR-Bereich absorbierenden Stoff, dem Energiebedarf des verwendeten Pulverlacksystems zu seinem Aufschmelzen resp. seiner Härtung, der Hitzeempfindlichkeit des zu beschichtenden Substrates und dem Emissionsspektrum der verwendeten Strahlungsquelle ab.

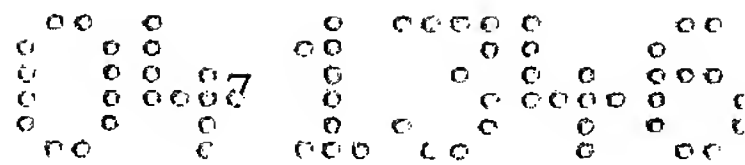
Bei Verwendung eines mit elektrischer Energie betriebenen mittelwelligen IR-Strahlers (Fa. Heraeus) zeigten Zusätze von Nano® ITO, C-Nanofibres und Nanotubes im Bereich von 0,01% bezogen auf die Pulverlack-Gesamtformulierung, hervorragende Wirksamkeit



durch sehr niedrige Betriebskosten aus. Sie sind insbesondere dann zur schonenden Aushärtung von Pulverbeschichtungen an profilierten Oberflächen von Objekten aus hitzeempfindlichen Werkstoffen geeignet, wenn die betreffenden Formulierungen beispielsweise 2,5% Ytterbiumoxid und 2,5% Neodymoxid enthalten. Denselben Zweck erfüllt ein Zusatz von 1 – 5 % Minatec ® 230 A-IR. Selbstverständlich ist es möglich, Pulverlacke durch die kombinierte Verwendung entsprechender Zusatzstoffe derart auszurüsten, dass sie zur erfindungsgemäßen Aushärtung mit unterschiedlichen Strahlungsquellen für mittel- und/oder langwellige IR-Strahlung geeignet sind.

Aufgrund der - im Vergleich zu auf NIR und/oder kurzwelligem IR beruhenden Verfahren - wesentlich geringeren Energiedichte der verwendeten mittel- und/oder langwelligen IR-Strahlung liegen die Härtingszeiten für die mit den entsprechenden Absorbern ausgestatteten Pulverlacke auf temperatursensiblen Substraten im Minutenbereich, z. B. 1 – 5 Minuten, und nicht - wie dort - im Sekundenbereich. Da die mittel- und langwellige Strahlung, insbesondere jene, welche mit gaskatalytischen Strahlern erzeugt wird, überwiegend diffusen Charakter aufweist, wird sie den Ansprüchen zur Aushärtung profilierter Oberflächen temperatursensibler Substrate wesentlich besser gerecht als die im wesentlichen als fokussiert zu bezeichnende NIR- und kurzwellige IR-Strahlung. Die Dotierung der Pulverlacke mit den Absorbern für mittel- und/oder langwelliges IR bringt es mit sich, dass die Beschichtungen die Strahlung bevorzugt aufnehmen, dabei rasch schmelzen und ggf. härten, und dabei auch noch den Untergrund vor unzulässiger Erwärmung schützen.

Zur Herstellung der nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hitzehärtbaren Pulverlackformulierungen können grundsätzlich alle zur Herstellung hitzehärtbarer Pulverlacke gängigen Bindemittelsysteme verwendet werden, wie beispielsweise Polyester, Polyurethane, Polyester-Epoxy-Hybride, Polyester-Polyacrylat-Hybride, reine Epoxide auf der Basis von Bisphenol A bzw. epoxidierten Phenol-Novolaken, Epoxy-Polyacrylat-Hybride, reine Polyacrylate, etc. Als Härter der vorgenannten Polymeren sind Stoffe wie Triglycidylisocyanurat, Diglycidylterephthalat pur oder in Kombination mit Triglycidyltrimellitat, Isocyanathärter auf der Basis von Diisocyanataddukten, -di- oder -trimeren, welche ggf. durch Verwendung abspaltbarer Blockierungsmittel wie beispielsweise ϵ -Caprolactam an einer vorzeitigen Reaktion gehindert werden, Glycoluril (Powderlink® 1174 der Fa. Cytec Industries Inc.), β -Hydroxyalkylamide, Imidazole und deren Epoxid-



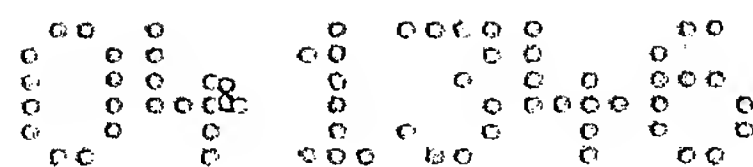
Addukte, Imidazoline und deren Epoxid-Addukte, Polyamine und deren Epoxid-Addukte, Dicyandiamid, Novolake, Dodecandisäure, Dodecandisäure-Polyanhydrid, etc. geeignet.

Pulverlacke zur Härtung nach dem erfindungsgemäßen Verfahren können mit allen bekannten Pigmenten versetzt werden, beispielsweise Titandioxid, Ruß, Eisenoxiden, Chrom(III)oxid, Ultramarinblau, Phthalocyaninblau und -grün. Ebenso ist die Verwendung von Effektpigmenten, beispielsweise auf der Basis Aluminium-, Messing- und Kupferplättchen möglich, weiters mineralische Effektbildner wie beispielsweise Glimmer oder Eisenglimmer.

Als Füllstoffe können beispielsweise Schwerspat, Calcit, Dolomit, Quarz, Wollastonit, Aluminiumhydroxid, Kaolin, Talk zur Anwendung kommen.

Daneben können die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hitzehärtbaren Pulverlacke beispielsweise Additive zum Entgasen (z.B. Benzoin, Amidwachse), Verlaufsmittel (z.B. Polyacrylate), Aushärtungsbeschleuniger (beispielsweise tertiäre Amine, Imidazole, Imidazoline, quartäre Ammonium- und/oder Phosphoniumsalze, Organozinnverbindungen, Zinnseifen, Lithiumseifen, Sulfonsäure und deren Salze), Lichtschutzmittel [UV-Absorber, HALS- Verbindungen (=hindered amine light stabiliser)], Triboadditive (tertiäre Amine, HALS-Verbindungen) und Wachse, Polymerpartikel wie Teflon, Polyamid, Polyethylen, Polypropylen als Strukturierungsmittel sowie zur Steigerung der Kratzfestigkeit enthalten.

Die Herstellung der Pulverlacke, welche die IR-absorbierenden Stoffe enthalten, erfolgt nach der gängigsten Methode durch Extrusion einer innigen Trockenmischung der verwendeten Pulverlackrohstoffe, Vermahlung des Extrudates und anschließende Siebung. Anstelle des Schmelzprozesses im Extruder können auch Löseprozesse zum Zwecke der stofflichen Homogenisierung der Pulverlackbestandteile herangezogen werden. Die Gewinnung des Beschichtungspulvers kann bei Verwendung eines Lösemittels durch Sprühtrocknung vorgenommen werden. Wird anstelle eines Lösemittels überkritisches Gas, z. B. überkritisches Kohlendioxid, verwendet, kann auf den Verfahrensschritt der klassischen



elektrostatischer oder tribostatischer Aufladung. Sonderformen dieser Applikationsformen sind beispielsweise die Aufbringung durch den EMB®-Prozeß (electromagnetic brush method) oder durch das so genannte Powder-Cloud-Verfahren.

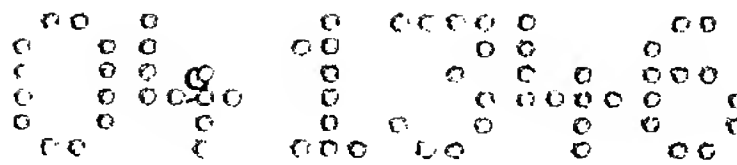
Nach erfolgter Aufbringung des pulverigen Beschichtungsmaterials auf nicht abwickelbare dreidimensionale Objekte aus hitzeempfindlichen Werkstoffe kann dieses dann erfindungsgemäß mit Hilfe mittel- bis langwelliger IR-Strahlung in allen Bereichen dieser Objekte und ohne diese zu schädigen aufgeschmolzen und einwandfrei gehärtet werden.

Die nachfolgenden Beispiele sollen den Nutzen der Erfindung detaillierter darstellen, ohne sie auf hier beschriebenen Ausführungen zu beschränken.

Wärmebehandlung von hitzehärtbaren Pulverlacken

Rohstoff	Formulierung Nr.							
	V 1	1	2	3	4	5	6	7
Crylcoat 7207	383,0	382,9	382,9	382,4	382,9	357,0	378,0	357,0
Araldit GT 6063	340,7	340,7	340,7	340,3	340,7	316,7	335,7	316,7
Reafree C4705-10	25,0	25,0	25,0	25,0	25,0	25,0	25,0	25,0
Dyhard MI-C	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7	3,7
Lanco Wax TF 1830	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0	15,0
Tinuvin 144	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Bayferrox 3920	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6	2,6
Titan Tiona RCL 696	197,6	197,6	197,6	197,6	197,6	197,6	197,6	197,6
China Clay Extra St Gema	30,0	30,0	30,0	30,0	30,0	30,0	30,0	30,0
Nano-ITO	--	0,1	--	--	--	--	--	
C-Nanofibres	--	--	0,1	1,0	--	--	--	
C-Nanotubes	--	--	--	--	0,1	--	--	
Ytterbium Oxid	--	--	--	--	--	25,0	--	
Neodymium Oxid	--	--	--	--	--	25,0	--	
Minatec 230 A-IR	--	--	--	--	--	--	10,0	50,0

Zahlenangaben: Rohstoffmengen in Gramm



Die Ansätze der obigen Formulierungen V 1 (Vergleichsbeispiel 1) sowie 1- 7 (Beispiele, erfindungsgemäß) werden in einem Labormischer Prism Pilot 3 eine Minute lang bei 1500 U/min. gemischt und anschließend auf einem Laborextruder der Type Theysohn TSK PCE 20/24D (Zonentemperaturen 40/60/80/80°C) bei 400 U/min. extrudiert. Anschließend werden die erhaltenen Extrudate auf eine Kornfeinheit $> 100 \mu\text{m}$ gemahlen.

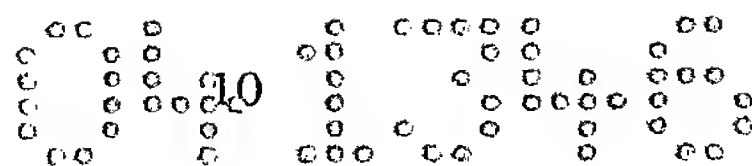
Die so erhaltenen Pulverlacke werden mit einer Gema Easy Tronic Beschichtungsanlage auf Möbelladenfronten aus MDF mit markanter Profilierung appliziert (finale Schichtdicke ca. $80 \mu\text{m}$) und anschließend einer Wärmebehandlung zur Aushärtung durch mittel- bis langwellige IR-Strahlung mit einem Strahlungsflussdichte-Maximum $> 2 \mu\text{m}$ Wellenlänge zugeführt. Für diesen Zweck stehen zwei IR-Einbrenn-Anlagen zur Verfügung:

A) elektrisch betrieben:

Über die Länge verteilt sind 4 Strahler der Fa. Heraeus (2 Carbonstrahler Mittelwelle, 2 herkömmliche Strahler Mittelwelle, beide mit einer maximalen Strahlertemperatur $< 1000^\circ\text{C}$, somit Strahlungsflussdichte-Maximum $> 2 \mu\text{m}$ Wellenlänge) quer zur Förderrichtung angebracht. Die Strahler werden für die Versuche mit 60% ihrer Maximalleistung betrieben, wodurch sich die emittierte Strahlung weiter in den längerwelligen Bereich verschiebt. Die Bandgeschwindigkeit wird so gewählt, dass die Proben die Härtingsstrecke in ungefähr 3,5 Minuten passieren. Für die ersten 30 Sekunden liegt die Oberflächentemperatur bei ca. 100°C , danach bei durchschnittlich 135°C .

B) gaskatalytisch betrieben:

Eine rund 10 m lange Härtingsstrecke ist mit gaskatalytischen IR-Strahlern der Fa. Vulkan versehen. Nach Angaben des Herstellers beträgt das Strahlungsflussdichte-Maximum bei einer Strahlertemperatur von 400°C bei ca. $4,5 \mu\text{m}$, bei einer Strahlertemperatur von 530°C bei ca. $3 \mu\text{m}$. Die Strahlerleistung wird für die Versuche so eingestellt, dass eine



Versuchsergebnisse zur Aushärtung der Pulverlackformulierungen (Ermittlung der Beständigkeit gegen Methylethylketon):

Versuchs-Nummer	Chemikalienbeständigkeit [min]	
	Anlage A (elektrisch)	Anlage B (gaskatalytisch)
V 1	<1	4-5
1	9	4-5
2	>10	4-5
3	>10	>10
4	9	4-5
5	1	10
6	2	9
7	>10	>10

Das Merkmal der Chemikalienbeständigkeit dient zur Beurteilung der durch das Einbrennen erzielten Vernetzungsdichte des Pulverlackes.

Durchführung: auf die zu prüfende Fläche wird bei Raumtemperatur Methylethylketon aufgetropft und die Zeit in Minuten gemessen, nach welcher der Lack mit einem Zellstoff-Tuch unter mäßigem Druck ggf. zumindest teilweise vom Untergrund weggewischt werden kann. Widersteht der Pulverlack dem Lösungsmittel 10 Minuten lang, wird der Test beendet, die Prüfung gilt als bestanden.

Beim nicht erfindungsgemäßen Vergleichsbeispiel V (ohne Absorber-Zusatz) wird durch die Wärmebehandlung in der elektrischen Anlage keinerlei Härtung erzielt (der Pulverlack lässt sich abwaschen), in der gaskatalytischen Anlage ist die Härtung dieses Pulverlackes jedenfalls klar unzureichend.

Die nachstehenden erfindungsgemäßen Beispiele 1 - 7 zeigen an den planen wie an den profilierten Teilen der Prüfkörper, dass mit den gewählten Dotierungen an IR-Absorbern, welche im mittel- und/oder langwelligen IR-Bereich absorbieren, bei zumindest einer der verwendeten Einbrenn-Anlagen gute bis vollständige Aushärtung der betreffenden Pulverlacke erzielt werden kann.

Wärmebehandlung von UV-härtbaren Pulverlacken

Rohstoff	Formulierung Nr.	
	V 2	8
Uvecoat 3000	670,0	660,0
Irgacure 819	23,0	23,0
Irgacure 2959	4,0	4,0
Resiflow PV 88 100%	15,0	15,0
Tinuvin 144	3,0	3,0
Titan 2160	200,0	200,0
Sachtleben Micro	55,0	45,0
Martinal OL 104	30,0	20,0
Minatec 230 A-IR	--	30,0

Zahlenangaben: Rohstoffmengen in Gramm

Die Ansätze der obigen Formulierungen V 2 (Vergleichsbeispiel 2) sowie 8 (Beispiel, erfindungsgemäß) werden, wie schon zuvor beschrieben, in einem Labormischer Prism Pilot 3 eine Minute lang bei 1500 U/min. gemischt und anschließend auf einem Laborextruder der Type Theysohn TSK PCE 20/24D (Zonentemperaturen 40/60/80/80°C) bei 400 U/min. extrudiert. Anschließend werden die erhaltenen Extrudate auf eine Kornfeinheit < 100 µm gemahlen.

Die so erhaltenen Pulverlacke werden mit einer Gema Easy Tronic Beschichtungsanlage auf Möbelladenfronten aus MDF mit markanter Profilierung appliziert und anschließend einer Wärmebehandlung durch die zuvor beschriebene Anlage A zugeführt. Die Strahler werden für diese Versuche mit 50% ihrer Maximalleistung betrieben, die Bandgeschwindigkeit wird so gewählt, dass die Proben die Behandlungsstrecke in ungefähr 2 Minuten passieren.

Eine visuelle Beurteilung der mit den Beschichtungspulvern versehenen Probanden ergibt bei Formulierung Nr. 8 (erfindungsgemäß) eine in allen Bereichen durchgehend geschmolzene, homogen verlaufende Lackschicht, welche problemlos UV-härtbar ist, bei Formulierung Nr. V 2 (nicht erfindungsgemäß) eine in den Profiltiefen nur ansatzweise geschmolzene

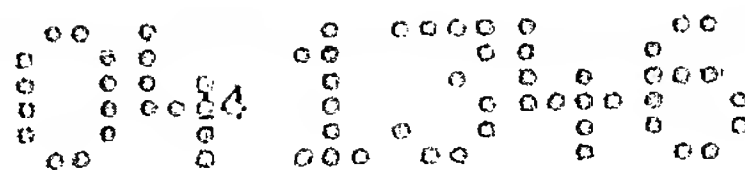
Ermittlung der Oberflächentemperaturen an pulverbeschichteten MDF-Teilen während des Durchlaufs durch Anlage A:

Zwei gleichartige MDF-Prüfplatten werden an ihrer Oberfläche mit jeweils einem Temperaturfühler versehen und die eine mit der Vergleichsformulierung V 1, die andere mit der Formulierung aus Beispiel 7 versehen. Anschließend werden die beiden Prüfplatten mit gleicher Geschwindigkeit durch die konstant betriebene Einbrennanlage A gefahren und die resultierenden Oberflächentemperaturen mit Hilfe des Mess- und Registriergerätes DataPac 11 aufgezeichnet. Dabei zeigte sich, dass die aus Formulierung 7 hergestellte Beschichtung durchgängig eine um ca. 20 \pm 5°C höhere Temperatur als jene aus Formulierung V hergestellte aufwies.

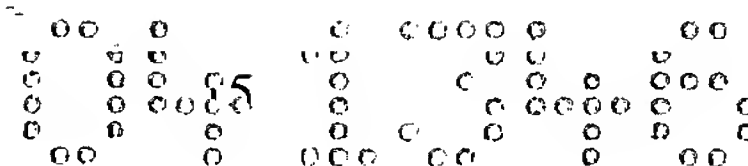
Diese Messung belegt eindrucksvoll, wie eine ausreichend moderate Strahlungsintensität an mittel- bis langwelliger IR-Strahlung, welche Teile aus MDF nicht zu schädigen - und Pulverlack nicht zu härten vermag - , unter Verwendung eines entsprechenden Absorbers im Pulverlack zur völligen Aushärtung desselben führt.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Wärmebehandlung unter Verwendung von IR-Strahlung von auf temperatursensiblen Substraten applizierten Pulverlacken zur Herstellung einer Beschichtung auf den Substraten, dadurch gekennzeichnet, dass der auf dem Substrat applizierte Pulverlack mit mittel- und/oder langwelliger IR-Strahlung bestrahlt wird und dass der Pulverlack Additive mit der Eigenschaft, mittel- und/oder langwellige IR-Strahlung zu absorbieren, enthält und dass gegebenenfalls der mit mittel- und/oder langwelliger IR-Strahlung wärmebehandelte Pulverlack einer weiteren Behandlung mit Elektronen- oder UV-Strahlung unterworfen wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Pulverlack mit einer mittel- und/oder langwelligen IR-Strahlung mit einem Wellenlängenbereich von 2 bis 12 μm bestrahlt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die mittel- und/oder langwellige IR-Strahlung ein Strahlungsflussdichte-Maximum bei Wellenlängen $> 2,0 \mu\text{m}$ aufweist.
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Strahlungsflussdichte-Maximum der mittel- und/oder langwellige IR-Strahlung bei Wellenlängen im Bereich von 2,0 bis 9,0 μm , besonders bevorzugt zwischen 2,0 und 6 μm ist.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das im Pulverlack enthaltene Additiv mit der Eigenschaft, mittel- und/oder langwellige IR-Strahlung zu absorbieren, Antimon-Zinn-Oxid und/oder Indium-Zinn-Oxid ist.



7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die im Pulverlack enthaltenen Additive mit der Eigenschaft, mittel- und/oder langwellige IR-Strahlung zu absorbieren, Seltenerdmetalle und/oder Oxide der Seltenerdmetalle oder Mischungen hiervon sind.
8. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die C-Nanotubes und/oder C-Nanofibres in einer Menge im Bereich von 0,01 Gew.- % bezogen auf die Pulverlack-Gesamtformulierung enthalten sind.
9. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass Ytterbiumoxid und/oder Neodymoxid im Pulverlack als Additive mit der Eigenschaft, mittel- und/oder langwellige IR-Strahlung zu absorbieren, enthalten sind.
10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass Ytterbiumoxid und/oder Neodymoxid im Pulverlack in einer Menge von je 2,5 Gew.- % bezogen auf die Pulverlack-Gesamtformulierung enthalten sind.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass das Substrat, auf dem der applizierte Pulverlack mit mittel- und/oder langwelliger IR-Strahlung bestrahlt wird, dreidimensional ist.



P42596

Zusammenfassung:

Verfahren zur Wärmebehandlung unter Verwendung von IR-Strahlung von auf temperatursensiblen Substraten applizierten Pulverlacken zur Herstellung einer Beschichtung auf den Substraten, wobei der auf dem Substrat applizierte Pulverlack mit mittel- und/oder langwelliger IR-Strahlung bestrahlt wird und der Pulverlack Additive mit der Eigenschaft, mittel- und/oder langwellige IR-Strahlung zu absorbieren, enthält. Gegebenenfalls wird der mit mittel- und/oder langwelliger IR-Strahlung wärmebehandelte Pulverlack einer weiteren Behandlung mit Elektronen- oder UV-Strahlung unterworfen.